

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平8-101176

(43)公開日 平成8年(1996)4月16日

(51)Int.Cl.⁶

G 0 1 N 30/10

30/32

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

A

審査請求 未請求 請求項の数1 F D (全 4 頁)

(21)出願番号

特願平6-261775

(22)出願日

平成6年(1994)9月30日

(71)出願人 000001993

株式会社島津製作所

京都府京都市中京区西ノ京桑原町1番地

(72)発明者 中川 一也

京都市中京区西ノ京桑原町1番地 株式会

社島津製作所三条工場内

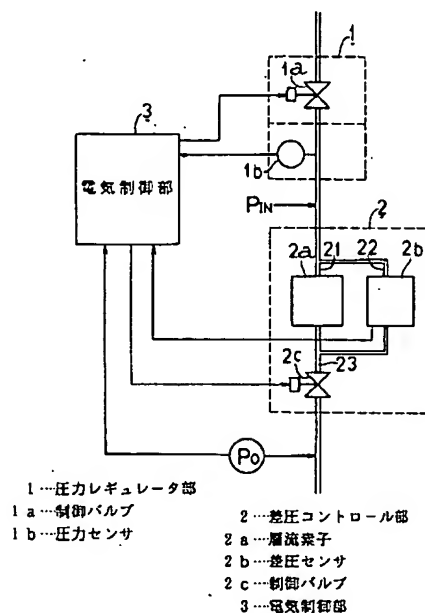
(74)代理人 弁理士 河▲崎▼ 眞樹

(54)【発明の名称】 ガスクロマトグラフ

(57)【要約】

【目的】 大流量から小流量までその時々を設定流量に対応した精度の良いマスフローコントローラを備えたガスクロマトグラフを提供する。

【構成】 制御バルブ1aと圧力センサ1bとで構成される圧力レギュレータ部1と、並列流路に設置した層流素子2aと差圧センサ2b及びこれら二つの平行な流路の合流点に設置した制御バルブ2cとで構成される差圧コントロール部2と、前記二つのバルブを制御する電気制御部3と、より成るマスフローコントローラを備えたことを特徴とするガスクロマトグラフ。



1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 ガス流量制御可能なバルブと該バルブ出口での圧力を検出する圧力センサとで構成される圧力レギュレータ部と、並列流路のそれぞれに設置した層流素子と差圧センサ及びこれら二つの流路の合流点に設置したガス流量制御可能なバルブとで構成される差圧コントロール部と、前記圧力センサの測定値及び差圧センサの測定値によりそれぞれ二つの前記バルブを制御する電気制御部と、より成るマスフローコントローラを備えたことを特徴とするガスクロマトグラフ。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】この発明は、ガスクロマトグラフ、より詳しくは試料注入室へ導入するキャリアガスの流量を大流量から小流量まで高精度に制御可能なマスフローコントローラを備えたガスクロマトグラフに関する。

【0002】

【従来の技術】ガスクロマトグラフでは試料気化室及びカラムにキャリアガスを導入する場合その流量をマスフローコントローラで一定流量に制御して導入する。図3は従来のガスクロマトグラフ用のマスフローコントローラの構成を示す図である。キャリアガスは入口11から流路12を通りノズル13を経て出口から排出されて試料気化室（図示せず）等へ導入される。この場合流路12には並列流路12a、12bが設けられ、一方の流路12aには差圧センサ14が設置され、他方の流路12bには層流素子15が設置される。この差圧センサ14はその差圧信号を電気制御部3に送るようにしてある。また、前記ノズル13からのガス流量を制御するため、該ノズル13の出口側には鉄製のフラップ16を設置すると共に前記電気制御部3に接続した電磁石17でこの鉄製のフラップ16を変位させるようにしてある。更に、このノズル13を出た後のガス流路の出口18での二次圧力は圧力センサ19で測定され電気制御部3にフィードバックするようになっている。

【0003】上記マスフローコントローラにおいては、前記差圧センサ14に示す差圧と流路12を流れるガス流量との間には一対一の関係がある。従って差圧センサ14の検出信号を電気制御部3に入力し、その検出値が設定値になるように電磁石17を制御すれば流路12におけるガス流量を制御することが出来る。また、前記圧力センサ19の圧力を検出して電気制御部3に入力し、その検出値が設定値になるように電磁石17を制御するとガス流路の出口18での圧力を一定とすることが出来る。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】上記するようにガスクロマトグラフに導入するガスの流量を制御するマスフローコントローラの精度はフルスケールの何%ということ

2

で規定されており大流量から小流量まで精度を要するガスクロマトグラフにおいて、その流量に対応した精度の良いマスフローコントローラはなかった。従って精度も流量によって変化し、特にスプリット比の精度が正確に出ない場合があるという問題があった。

【0005】この発明は上記する課題に着目してなされたものであり、大流量から小流量までその時々を設定流量に対応した精度の良いマスフローコントローラを備えたガスクロマトグラフを提供することを目的とする。

10 【0006】

【課題を解決するための手段】即ち、この発明は上記する課題を解決するために、ガスクロマトグラフが、ガス流量制御可能なバルブと該バルブ出口での圧力を検出する圧力センサとで構成される圧力レギュレータ部と、並列流路のそれぞれに設置した層流素子と差圧センサ及びこれら二つの流路の合流点に設置したガス流量制御可能なバルブとで構成される差圧コントロール部と、前記圧力センサの測定値及び差圧センサの測定値によりそれぞれ二つの前記バルブを制御する電気制御部と、より成るマスフローコントローラを備えたことを特徴とする。

【0007】

【作用】ガスクロマトグラフを上記手段とした場合の作用について添付図とその符号を用いて説明する。差圧コントロール部2における流量と差圧との関係は、層流素子2aが層流として働く間は比例関係にあり、即ち、直線関係にあり、流量がある値になると曲線となり比例関係を失う。従ってガス流量は比例関係にある範囲内で使用しなければならない。図2は、圧力レギュレータ部1の制御バルブ1aを出た流路での、即ち差圧コントロール部2に入る前の所定ガス圧力（ $P_{IN}=P_1$ 、 $P_{IN}=P_2$ 、 $P_{IN}=P_3$ ）下における一定流量の変化（ ΔU ）に対する差圧の変化分（ ΔP ）の割合（ $\Delta P/\Delta U$ ）を示している。この図の流量と差圧との関係から明らかなように、差圧の変化（ $\Delta P/\Delta U$ ）は、入力圧力（ P_{IN} ）の小さい間は大きく、入力圧力（ P_{IN} ）が大きくなるほど小さくなっていることが判る。つまり、差圧コントロール部2に入る前の圧力（ P_{IN} ）が大きくなるに従って流量に対する差圧の変化率は小さくなる。前記電気制御部3が差圧を測定するA/D変換器（アナログ—デジタル変換器）の分解能は、入力圧力（ P_{IN} ）が大きくても小さくても同じである。従って、流量の分解能、即ち、制御しうる最小流量は入力圧力（ P_{IN} ）を小さく設定すると大きくなり、入力圧力（ P_{IN} ）を大きく設定すると小さくなる。このことから、流量が小さい間は入力圧力（ P_{IN} ）を小さく保ち、大流量が必要になったら入力圧力（ P_{IN} ）が自動的に大きくなるようにすれば小流量から大流量まで、その都度流量に対応した精度のよい流量制御を行うことが出来る。

【0008】

50 【実施例】以下、この発明の具体的実施例について図面

を参照しながら説明する。図1はこの発明のガスクロマトグラフで用いるマスフローコントローラの構成を示す図である。このマスフローコントローラは、圧力レギュレータ部1と、差圧コントロール部2と、これら圧力レギュレータ1及び差圧コントロール部2の制御バルブ1a及び2c（後述）を制御する電気制御部3とで構成される。

【0009】前記圧力レギュレータ部1は、ガス流量を制御する制御バルブ1aと、この制御バルブ1a出口での圧力を検出する圧力センサ1bと、で構成される。該圧力センサ1bはその測定圧力値を信号として電気制御部3へフィードバックするようにしてある。この制御バルブ1aは、図示しないがノズル出口に鉄製フラップを設置し電磁石でその開度を電気制御部3で制御するようにしたバルブ（図3参照）である。この場合、圧力センサ1bで圧力を測定しその値を電気制御部3にフィードバックしながら制御バルブ1aの開度を制御し、次の差圧コントロール部2へ導入するガス圧力（ P_{IN} ）を設定することが出来る。

【0010】前記差圧コントロール部2は、二つの並列流路21と22と、これらの一方の流路21に設置した層流素子2aと、他方の流路22に設置した差圧センサ2bと、これらの流路21と22の合流路23に設置した制御バルブ2cと、で構成されている。この制御バルブ2cは、図示しないが、前記制御バルブ1aと同様にノズル出口に鉄製フラップを設置し電磁石でその開度を電気制御部3で制御するようにしたバルブ（図3参照）である。前記差圧センサ2bは層流素子2aの上流側と下流側との間の差圧を測定すると共にその測定値を信号として電気制御部3にフィードバックするようにしてある。即ち、該電気制御部3は、該制御バルブ2cをコントロールすることによって層流素子2aの前後の差圧を所望の圧力値に制御することが出来る。

【0011】前記差圧コントロール部2における流量と差圧との関係は、前記層流素子2aが層流として働く間は比例関係にあり、即ち、直線関係にあり、流量がある値になると曲線となり比例関係を失う。従ってガス流量は比例関係にある範囲内で使用しなければならない。図2は、前記圧力レギュレータ部1の制御バルブ1aを出た流路での、即ち、差圧コントロール部2に入る前の一定ガス圧力（ $P_{IN}=P_1$ 、 $P_{IN}=P_2$ 、 $P_{IN}=P_3$ ）下における一定流量の変化（ ΔU ）に対する差圧の変化分

（ ΔP ）の割合（ $\Delta P/\Delta U$ ）を示している。この図の流量と差圧との関係から明らかなように、差圧の変化（ $\Delta P/\Delta U$ ）は、入力圧力（ P_{IN} ）の小さい間は大きく、入力圧力（ P_{IN} ）が大きくなるほど小さくなっていることが判る。つまり、差圧コントロール部2に入る前の圧力（ P_{IN} ）が大きくなる（ $P_{IN}=P_1 < P_{IN}=P_2 < P_{IN}=P_3$ ）に従って流量に対する差圧の変化率は小さくなる。

【0012】前記電気制御部3が差圧を測定するA/D変換器（アナログ-デジタル変換器）の分解能は、入力圧力（ P_{IN} ）が大きくても小さくても同じである。従って、流量の分解能、即ち、制御しうる最小流量は入力圧力（ P_{IN} ）を小さく設定すると大きくなり、入力圧力（ P_{IN} ）を大きく設定すると小さくなる。このことから、流量が小さい間は入力圧力（ P_{IN} ）を小さく保ち、大流量が必要になったら入力圧力（ P_{IN} ）が自動的に大きくなるようにすれば小流量から大流量まで、その都度流量に対応した精度のよい流量制御を行うことが出来る。

【0013】

【発明の効果】以上詳述したように、この発明のガスクロマトグラフによれば、キャリアガスの導入に際してマスフローコントローラを高精度の流量制御装置とすることが出来るので、ガスクロマトグラフで特に重要なリテンションタイムの再現性の向上を図ることが出来る。また、キャピラリカラムを用いるガス分析に際しスプリット比の高精度化を実現することが出来る。

【図面の簡単な説明】

【図1】この発明のガスクロマトグラフで用いるマスフローコントローラの構成を示す図である。

【図2】差圧コントロール部に入る前の一定ガス圧力（ P_{IN} ）下における一定流量の変化（ ΔU ）に対する差圧の変化分（ ΔP ）の割合を示す図である。

【図3】従来のガスクロマトグラフ用マスフローコントローラの構成を示す図である。

【符号の説明】

1 圧力レギュレータ部

1a 制御バルブ

1b 圧力センサ

2 差圧コントロール部

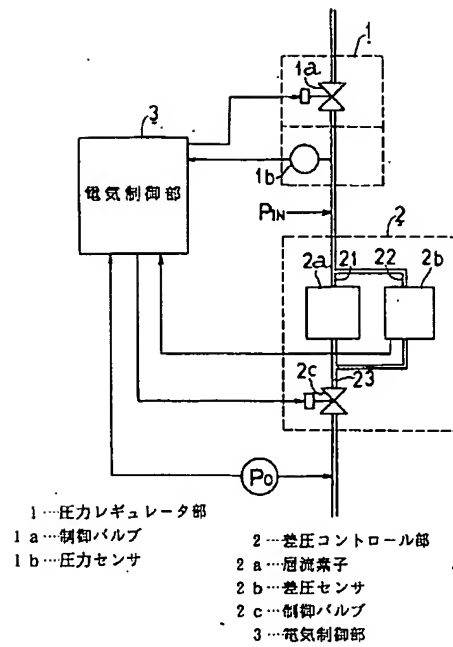
2a 層流素子

2b 差圧センサ

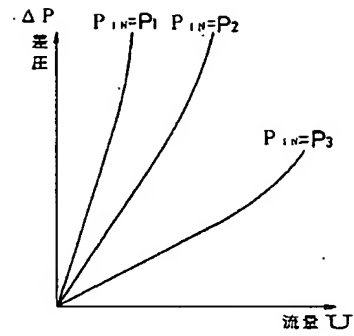
2c 制御バルブ

3 電気制御部

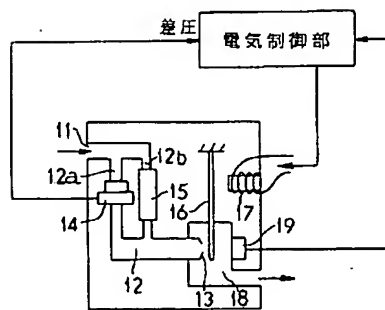
【図1】



【図2】



【図3】



[Previous Doc](#) [Next Doc](#) [Go to Doc#](#)
[First Hit](#)

☐ [Generate Collection](#)

L10: Entry 19 of 31

File: JPAB

Apr 16, 1996

PUB-NO: JP408101176A
DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 08101176 A
TITLE: GAS CHROMATOGRAPH

PUBN-DATE: April 16, 1996

INVENTOR-INFORMATION:

NAME COUNTRY
NAKAGAWA, KAZUYA

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME COUNTRY
SHIMADZU CORP

APPL-NO: JP06261775
APPL-DATE: September 30, 1994

INT-CL (IPC): G01N 30/10; G01N 30/32

ABSTRACT:

PURPOSE: To provide a gas chromatograph equipped with a mass flow controller having high accuracy in good compliance with the set rate of flow from time to time in a wide flow rate range.

CONSTITUTION: The gas chromatograph is equipped with a mass controller composed of a pressure regulator 1 consisting of control valve 1a and pressure sensor 1b, a differential pressure control part 2 consisting of a laminar flow element 2a and differential pressure sensor 2b installed in parallel flow paths and a control valve 2c installed at the converging point of the two parallel flow paths, and an electric control part 3 to control the two valves.

COPYRIGHT: (C)1996,JPO

[Previous Doc](#) [Next Doc](#) [Go to Doc#](#)

* NOTICES *

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Industrial Application] This invention relates the flow rate of a gas chromatograph and the carrier gas introduced to a sample target chamber in more detail to the gas chromatograph which equipped high degree of accuracy with the controllable massflow controller from the large flow-rate to the small flow rate.

[0002]

[Description of the Prior Art] In a gas chromatograph, when introducing carrier gas into a sample evaporation room and a column, the flow rate is controlled and introduced into constant flow with a massflow controller.

Drawing 3 is drawing showing the configuration of the massflow controller for the conventional gas chromatographs. Carrier gas is discharged from an outlet through a nozzle 13 through passage 12 from an inlet port 11, and is introduced at a sample evaporation room (not shown) etc. In this case, the juxtaposition passage 12a and 12b is established in passage 12, the differential pressure sensor 14 is installed in one passage 12a, and the laminar-flow component 15 is installed in passage 12b of another side. This differential pressure sensor 14 has sent that differential pressure signal to the electric control section 3. Moreover, in order to control the quantity of gas flow from said nozzle 13, while installing the iron flap 16 in the outlet side of this nozzle 13, it has been made to carry out the variation rate of this iron flap 16 with the electromagnet 17 linked to said electric control section 3. Furthermore, the secondary pressure in the outlet 18 of the gas passageway after coming out of this nozzle 13 is measured with a pressure sensor 19, and is fed back to the electric control section 3.

[0003] In the above-mentioned massflow controller, the relation of one to one between the differential pressure shown in said differential pressure sensor 14 and the quantity of gas flow which flows passage 12 is. Therefore, the detecting signal of the differential pressure sensor 14 is inputted into the electric control section 3, and if an electromagnet 17 is controlled so that the detection value turns into the set point, the quantity of gas flow in passage 12 is controllable. Moreover, the pressure of said pressure sensor 19 is detected and it inputs into the electric control section 3, and if an electromagnet 17 is controlled so that the detection value turns into the set point, the pressure in the outlet 18 of a gas passageway can be set constant.

[0004]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] In the gas chromatograph which the precision of the massflow controller which controls the flow rate of the gas introduced into a gas chromatograph so that it may describe above is prescribed by what full-scale %, and requires precision from a large flow rate to a small flow rate, there was no massflow controller with a sufficient precision corresponding to the flow rate. Therefore, precision also changed with flow rates and had the problem that especially the precision of a split ratio may not come out correctly.

[0005] This invention is made paying attention to the technical problem described above, and it aims at offering the gas chromatograph equipped with the massflow controller with a sufficient precision corresponding to that occasional setting flow rate from a large flow rate to a small flow rate.

[0006]

[Means for Solving the Problem] Namely, the pressure regulator section by which a gas chromatograph is constituted from a bulb in which gas control of flow is possible, and a pressure sensor which detects the pressure in this bulb outlet in order that this invention may solve the technical problem described above, the quantity of gas flow installed in the juncture of the laminar-flow component and differential pressure sensor of juxtaposition passage which boiled, respectively and were installed, and these two passage -- with the differential-pressure-control section which consists of controllable bulbs It is characterized by the electric

control section which controls said two bulbs by the measured value of said pressure sensor, and measured value of a differential pressure sensor, respectively, and having the massflow controller which changes more. [0007]

[Function] A gas chromatograph is explained using an attached drawing and its sign about the operation at the time of considering as the above-mentioned means. If the relation of the flow rate and differential pressure in the differential-pressure-control section 2 becomes the value which is in proportionality, namely, has a straight-line relation, and has a flow rate while laminar-flow component 2a works as a laminar flow, it will serve as a curve and will lose proportionality. Therefore, a quantity of gas flow must be used by within the limits in proportionality. the passage to which drawing 2 came out of control bulb 1a of the pressure regulator section 1 -- namely, a changed part (ΔP) of the differential pressure to change (ΔU) of the constant flow under the predetermined gas pressure ($PIN=P1$, $PIN=P2$, $PIN=P3$) before going into the differential-pressure-control section 2 -- comparatively ($\Delta P/\Delta U$) -- being shown -- **** . Change ($\Delta P/\Delta U$) of differential pressure is large while an input control pressure (PIN) is small, and it turns out that it is so small that an input control pressure (PIN) becomes large so that clearly from the relation between the flow rate of this drawing, and differential pressure. That is, the rate of change of the differential pressure to a flow rate becomes small as the pressure (PIN) before going into the differential-pressure-control section 2 becomes large. Even if an input control pressure (PIN) is large and the resolution of the A/D converter (analog-digital converter) with which said electric control section 3 measures differential pressure is small, it is the same. Therefore, if an input control pressure (PIN) is set up small, the resolution of a flow rate, i.e., the minimum discharge which can be controlled, will become large, and if an input control pressure (PIN) is set up greatly, it will become small. If it is made for an input control pressure (PIN) to become large automatically when an input control pressure (PIN) is kept small and a large flow rate is needed from this while a flow rate is small, control of flow with a sufficient precision corresponding to a flow rate can be performed from a small flow rate to a large flow rate each time. [0008]

[Example] Hereafter, it explains, referring to a drawing about the concrete example of this invention. Drawing 1 is drawing showing the configuration of the massflow controller used by the gas chromatograph of this invention. This massflow controller consists of the pressure regulator section 1, the differential-pressure-control section 2, and the electric control section 3 that controls the control bulbs 1a and 2c (after-mentioned) of these pressure regulators 1 and the differential-pressure-control section 2.

[0009] said pressure regulator section 1 comes out with control bulb 1a which controls a quantity of gas flow, and pressure-sensor 1b which detects the pressure in this control bulb 1a outlet, and is constituted. This pressure-sensor 1b is fed back to the electric control section 3 by making the measuring pressure force value into a signal. Although this control bulb 1a does not illustrate, it is the bulb (refer to drawing 3) which installs an iron flap in a nozzle outlet and controlled that opening by the electric control section 3 with the electromagnet. In this case, the opening of control bulb 1a can be controlled measuring a pressure by pressure-sensor 1b, and feeding back that value to the electric control section 3, and the gas pressure (PIN) introduced to the following differential-pressure-control section 2 can be set up.

[0010] said differential-pressure-control section 2 comes out with laminar-flow component 2a installed in two juxtaposition passage 21 and 22 and one [these] passage 21, differential pressure sensor 2b installed in the passage 22 of another side, and control bulb 2c installed in the unification way 23 of such passage 21 and 22, and is constituted. Although this control bulb 2c does not illustrate, it is the bulb (refer to drawing 3) which installs an iron flap in a nozzle outlet like said control bulb 1a, and controlled that opening by the electric control section 3 with the electromagnet. Said differential pressure sensor 2b is fed back to the electric control section 3 by making the measured value into a signal while it measures the differential pressure between the upstream of laminar-flow component 2a, and the downstream. That is, this electric control section 3 can control the differential pressure before and behind laminar-flow component 2a to a desired pressure value by controlling this control bulb 2c.

[0011] If the relation of the flow rate and differential pressure in said differential-pressure-control section 2 becomes the value which is in proportionality, namely, has a straight-line relation, and has a flow rate while said laminar-flow component 2a works as a laminar flow, it will serve as a curve and will lose proportionality. Therefore, a quantity of gas flow must be used by within the limits in proportionality. the passage to which drawing 2 came out of control bulb 1a of said pressure regulator section 1 -- namely, a changed part (ΔP) of the differential pressure to change (ΔU) of the constant flow under the fixed gas pressure ($PIN=P1$, $PIN=P2$,

and $P_{IN}=P_3$) before going into the differential-pressure-control section 2 -- comparatively ($\Delta P/\Delta U$) -- being shown -- ****. Change ($\Delta P/\Delta U$) of differential pressure is large while an input control pressure (P_{IN}) is small, and it turns out that it is so small that an input control pressure (P_{IN}) becomes large so that clearly from the relation between the flow rate of this drawing, and differential pressure. That is, the pressure (P_{IN}) before going into the differential-pressure-control section 2 follows for becoming large ($P_{IN}=P_1 < P_{IN}=P_2 < P_{IN}=P_3$), and the rate of change of the differential pressure to a flow rate becomes small.

[0012] Even if an input control pressure (P_{IN}) is large and the resolution of the A/D converter (analog-digital converter) with which said electric control section 3 measures differential pressure is small, it is the same. Therefore, if an input control pressure (P_{IN}) is set up small, the resolution of a flow rate, i.e., the minimum discharge which can be controlled, will become large, and if an input control pressure (P_{IN}) is set up greatly, it will become small. If it is made for an input control pressure (P_{IN}) to become large automatically when an input control pressure (P_{IN}) is kept small and a large flow rate is needed from this while a flow rate is small, control of flow with a sufficient precision corresponding to a flow rate can be performed from a small flow rate to a large flow rate each time.

[0013]

[Effect of the Invention] Since a massflow controller can be used as a highly precise flow rate control unit on the occasion of installation of carrier gas according to the gas chromatograph of this invention as explained in full detail above, improvement in the repeatability of an important retention time can be especially aimed at by the gas chromatograph. Moreover, on the occasion of the gas analysis using a capillary column, highly precise-ization of a split ratio is realizable.

[Translation done.]